

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-048897

(43)Date of publication of application : 22.02.1994

(51)Int.CI. C30B 29/36  
C30B 19/06  
H01L 21/208

(21)Application number : 04-198421 (71)Applicant : SANYO ELECTRIC CO LTD

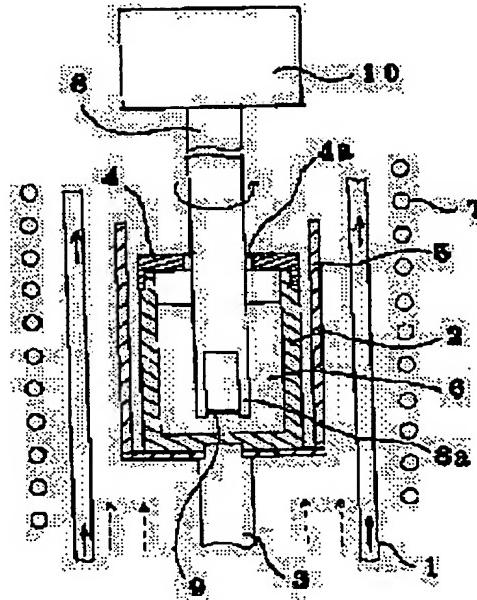
(22)Date of filing : 24.07.1992 (72)Inventor : KUNISATO TATSUYA  
MATSUSHITA YASUHIKO

## (54) METHOD FOR LIQUID PHASE EPITAXIAL GROWTH OF SiC SINGLE CRYSTAL AND DEVICE THEREFOR

### (57)Abstract:

PURPOSE: To epitaxially grow a silicon carbide single crystal in a liq. phase without leaving molten Si on the surface of an SiC substrate by using this device.

CONSTITUTION: A silicon carbide single crystal substrate 9 held by a holder 8 is dipped in molten silicon 6 having a temp. gradient to form an epitaxially grown silicon carbide layer on the substrate 9, and then the holder 8 is rotated at high speed by a rotating device 10 when the substrate 9 is pulled up from the molten silicon 6.



### LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-48897

(43)公開日 平成6年(1994)2月22日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup>  
C 30 B 29/36  
19/06  
H 01 L 21/208

識別記号 A 7821-4G  
Z  
P 9277-4M

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数4(全5頁)

(21)出願番号 特願平4-198421

(22)出願日 平成4年(1992)7月24日

(71)出願人 000001889

三洋電機株式会社

大阪府守口市京阪本通2丁目5番5号

(72)発明者 國里 竜也

大阪府守口市京阪本通2丁目18番地 三洋  
電機株式会社内

(72)発明者 松下 保彦

大阪府守口市京阪本通2丁目18番地 三洋  
電機株式会社内

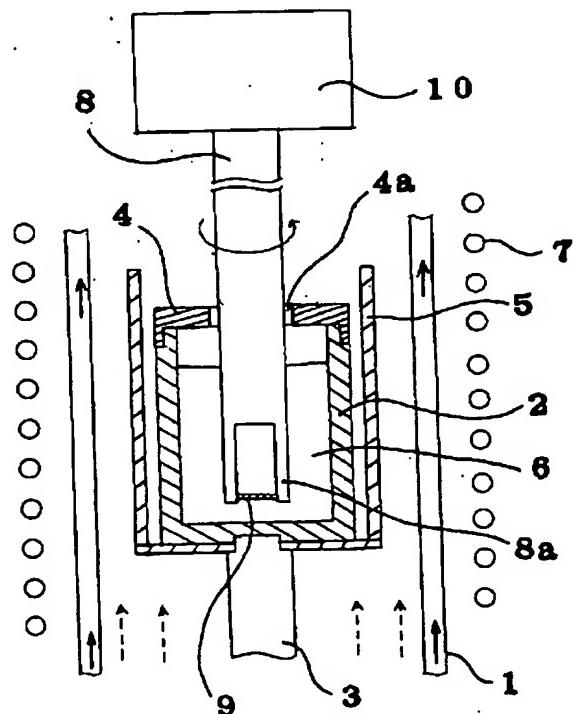
(74)代理人 弁理士 西野 卓嗣

(54)【発明の名称】 SiC単結晶の液相エピタキシャル成長装置と製造方法

(57)【要約】

【目的】 SiC基板表面上にSi融液が残存するのを抑制できる炭化ケイ素単結晶の液相エピタキシャル成長装置と製造方法を提供することが目的である。

【構成】 温度勾配をもつケイ素融液6中に、基板ホルダ8により保持された炭化ケイ素単結晶基板9を浸漬して、この基板9上に炭化ケイ素エピタキシャル成長層を形成した後、基板9をケイ素融液6から引き上げる際に、基板ホルダ8を回転装置10により高速回転する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 ケイ素融液が充填された黒鉛ルツボと、該ルツボの外側に配設された高周波誘導加熱コイルと、前記ケイ素融液中に基板ホルダにより保持され、浸漬される炭化ケイ素単結晶基板とを備えた炭化ケイ素単結晶の液相エピタキシャル成長装置において、該基板ホルダに超音波発生装置を機械的に関連付け、前記基板をケイ素融液より引き上げる際に前記超音波発生装置を動作することを特徴とする炭化ケイ素単結晶の液相エピタキシャル成長装置。

【請求項2】 ケイ素融液が充填された黒鉛ルツボと、該ルツボの外側に配設された高周波誘導加熱コイルと、前記ケイ素融液中に基板ホルダにより保持され、浸漬される炭化ケイ素単結晶基板と、前記基板ホルダを回転させる回転装置を備えた炭化ケイ素単結晶の液相エピタキシャル成長装置において、該基板をケイ素融液より引き上げる際に前記回転装置を動作させて、前記基板ホルダを炭化ケイ素エピタキシャル成長層を成長させる際の低速回転より高速に回転させることを特徴とする炭化ケイ素単結晶の液相エピタキシャル成長装置。

【請求項3】 ケイ素融液が充填された黒鉛ルツボに炭化ケイ素単結晶基板を浸漬して該炭化ケイ素単結晶基板上に炭化ケイ素エピタキシャル成長層を形成する工程と、該炭化ケイ素単結晶基板を超音波振動させながら前記ケイ素融液より引き上げる工程とからなる炭化ケイ素単結晶の製造方法。

【請求項4】 ケイ素融液が充填された黒鉛ルツボに炭化ケイ素単結晶基板を浸漬して該炭化ケイ素単結晶基板上に炭化ケイ素エピタキシャル成長層を形成する工程と、該炭化ケイ素単結晶基板を該炭化ケイ素エピタキシャル成長層を成長させる際の低速回転より高速に回転させながら前記ケイ素融液より引き上げる工程とからなる炭化ケイ素単結晶の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は炭化ケイ素単結晶基板上に炭化ケイ素単結晶をエピタキシャル成長させる炭化ケイ素単結晶の液相エピタキシャル成長装置と製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 一般に、炭化ケイ素(SiC)は、耐熱性及び機械的強度に優れ、放射線に対して強いなどの物理的、化学的性質から耐環境性半導体材料として注目されている。

【0003】 しかもSiC結晶は間接遷移型のIV-IV化合物であり、SiC結晶は3C形、4H形、6H形、15R形等各種の結晶多形が存在し、その禁制帯幅は2.4~3.3eVと広範囲に亘ると共に、p型及びn型の結晶が得られ、pn接合の形成が容易であることから、赤色から青色までのすべての波長範囲の可視光を発する

発光ダイオード材料として有望視され、なかでも室温において約3eVの禁制帯幅を有する $\alpha$ 型6H(ヘキサゴナル)形のSiC結晶は、青色発光ダイオードの材料として用いられている。

【0004】 そして、通常SiC単結晶の製造方法は液相エピタキシャル成長法(LPE法)の一一種であるディップ法により行われ、例えば雑誌「電子技術」の第26巻、第14号、第128頁~第129頁、1984年に記載されているような装置が用いられる。

【0005】 即ち、この種の液相エピタキシャル成長装置は、例えば図3に示すように構成されている。

【0006】 同図においては、1は二重構造の石英製反応管であり、内側管壁と外側管壁との間を、同図中の実線矢印に示すように、上方へ冷却水が流通している。

【0007】 2は反応管1内に配設され底部が黒鉛支持棒3の上端部に固定されて支持された黒鉛ルツボ、4はルツボ2の上面開口を閉塞した透孔4aを有する蓋体、5はルツボ2の外側に設けられた黒鉛からなる熱シールド体、6はルツボ2内に充填されたケイ素(Si)融液、7は反応管1の外側に配設された高周波誘導加熱コイル、8は下端部が透孔4aを介してルツボ2内に挿入されSi融液6中に浸漬される棒状の黒鉛製基板ホルダ、9はホルダ8の下端部の切り込み8aに固定された例えば6H形または4H形のSiC単結晶基板であり、Si融液6中に保持される。100は基板ホルダ8を回転させる回転装置で、該基板ホルダ8は回転装置100の図示しない回転支持材に装着されている。

【0008】 尚、反応管1内は図中的一点鎖線矢印のように、上方へ雰囲気ガスとして例えばアルゴン(Ar)ガスが流通されており、また前記高周波誘導加熱コイル7の高周波によりルツボ2を誘導加熱し、例えば約1700°Cの結晶成長温度までSi融液6を加熱すると共に、Si融液6に上下方向への温度勾配を形成する。

【0009】 そして、前記基板9をこのSi融液6中の低温部に一定時間浸漬することにより、基板9の表面に6H形のSiC単結晶がエピタキシャル成長する。即ち、上記温度勾配が設けられたSi融液6中の高温部で炭素原子が加熱されたルツボ2から溶け込み、Si融液6中の拡散、対流などによりSi融液6中の低温部に輸送され、該低温部にて飽和濃度以上の炭素原子が析出してSiと反応し、基板9の表面にSiCエピタキシャル成長層が成長する。

【0010】 尚、このSiCエピタキシャル成長層の成長の際、基板9全面に亘って均一なエピタキシャル成長層を得るために、基板ホルダ8を2~3r.p.mの低速で回転させている。

【0011】 図4に基板9上にSiCエピタキシャル成長層を形成した後、該基板9をSi融液6内から引き上げた際の基板9の表面の状態の一例を示している。

【0012】 図4に示すように、引き上げた基板9の表

面にはSi融液6aが残留し、この残留したSi融液6aが温度の低下と共に6H形SiC単結晶よりも低温で成長する3C形等の他の結晶多形のSiC結晶等、6H形SiC単結晶以外の不純物を発生する惧れがあった。

【0013】従って、このSiCエピタキシャル成長層に更に同様の方法でSiCエピタキシャル成長層を形成する場合、前記不純物上に良質な6H形SiCエピタキシャル成長層が成長できないといった惧れがあった。また、例えば不純物が3C形SiC結晶であると、この結晶は6H形SiC結晶に比べて禁制帯幅が狭いので、発光ダイオードを形成した場合、6H形SiC結晶が発する所望の発色（例えば青色等）とは異なる発色（例えば橙色等）が起こるといった問題もあった。

【0014】更に、例えばn型SiC基板上に、n型SiCエピタキシャル成長層とp型SiCエピタキシャル成長層をこの順序に形成する発光ダイオード(LED)を形成する場合に、p型SiCエピタキシャル成長層の形成後に、この層上に3C形SiC結晶が形成されると、高抵抗であるp層を作る惧れがあった。この結果、LEDが高V<sub>f</sub>（高順方向電圧）になるといった問題もあった。

#### 【0015】

【発明が解決しようとする課題】本発明は上述の問題点を鑑み成されたものであり、良質なSiCエピタキシャル成長層を形成可能な炭化ケイ素単結晶の液相エピタキシャル成長装置と製造方法を提供することが目的である。

#### 【0016】

【課題を解決するための手段】本発明は、炭化ケイ素単結晶基板をケイ素融液より引き上げる際に該基板を超音波振動させることを特徴とする。

【0017】また、本発明は、炭化ケイ素単結晶基板をケイ素融液より引き上げる際に該基板を高速回転させることを特徴とする。

#### 【0018】

【作用】上述のように、基板をケイ素融液中から引き上げる際に該基板が振動するので、基板上に付着したケイ素融液が飛散する。この結果、良質なエピタキシャル成長層が形成できる。

【0019】また、基板をケイ素融液中から引き上げる際に、基板を高速回転させる場合も同様に基板上に付着したケイ素融液が飛散する。この結果、良質なエピタキシャル成長層が形成できる。

#### 【0020】

【実施例】次に、本発明の第1実施例に係る炭化ケイ素単結晶の液相エピタキシャル成長装置を示す図1を用いて説明する。図1において、図3と同一記号には同一のものもしくは対応するものを示し、その説明は割愛する。尚、従来例と異なる点は、基板ホルダ8を回転させる回転装置10が高速回転可能な点である。

【0021】次に、斯る装置を用いて、n型の6H形SiC基板9上に、n型の6H形SiCエピタキシャル成長層とp型の6H形SiCエピタキシャル成長層を形成してなる青色発光LEDを作製する場合の具体的手法を説明する。尚、各6H形SiCエピタキシャル成長層は従来例と同様にして形成した。

【0022】即ち、最初に、n型の6H形SiC基板9をSi融液6内に浸漬した状態で、回転装置10を動作させて基板ホルダ8を回転数2～3r.p.mの低速回転させながら1時間保持して、該基板9上にn型の6H形SiCエピタキシャル成長層を形成した。その後、基板ホルダ8を基板9上に残留するケイ素融液を飛散可能な高速回転、例えば回転数100～500r.p.mで回転せながら、基板9をケイ素融液6中から引き上げた。尚、斯るSi融液6にはn型ドーパントとして窒素と、エピタキシャル成長層がp型にならない程度にアルミニウムを添加した。

【0023】次に、前記n型ドーパントを含むSi融液を、p型ドーパントとして窒素とアルミニウムを添加したSi融液6に代え、該Si融液6内に前記n型の6H形SiCエピタキシャル成長層を形成した基板9を浸漬した状態で、回転装置10を動作させて基板ホルダ9を回転数2～3r.p.mの低速回転させながら1時間保持して、前記n型の6H形SiCエピタキシャル成長層上にp型の6H形SiCエピタキシャル成長層を形成した。その後、基板ホルダ8をn型の6H形SiCエピタキシャル成長層上に残留するケイ素融液を飛散可能な高速回転（該高速回転>前記低速回転）、例えば回転数100～500r.p.mで回転せながら、基板9をケイ素融液6内から引き上げた。尚、基板9がケイ素融液6内に浸漬されている間は、前記基板ホルダ8は回転していなくてもよい。

【0024】その後、前記基板9の一方の面上に形成されたp、n型の6H形SiCエピタキシャル成長層を研磨により除去して基板9面を露出した後、該基板9面上及びp型の6H形SiCエピタキシャル成長層上にそれぞれ電極を形成した。

【0025】本実施例のLEDは、従来の方法で作製したLEDに比べて、青色以外の発光や低いV<sub>f</sub>をもつなどに起因する歩留まりの低下を抑制できた。

【0026】これは、6H形SiCエピタキシャル成長層を形成した後、基板9をケイ素融液6内から引き上げる際、該基板9を高速回転させたので、基板9上に残するSi融液を飛散でき、この結果、不純物の発生を防止でき、良質なエピタキシャル成長層が得られたためである。

【0027】次に、本発明の第2実施例に係る炭化ケイ素単結晶の液相エピタキシャル成長装置を示す図2を用いて説明する。図2において、図1と同一記号には同一のものもしくは対応するものを示し、その説明は割愛す

る。

【0028】この図2において、図1と異なる点は基板ホルダ9に超音波発生装置15を機械的に関連付けた点である。即ち、この実施例では、基板ホルダ9に超音波振動が伝播可能な例えはセラミックス製の円筒部材16を密接固定させ、該円筒部材16と超音波発生装置15間をフレキシブルなステンレス線等の超音波振動を伝播可能なジョイント部材17により機械的に接続している。

【0029】前記超音波発生装置15の発生する超音波振動は、ジョイント部材17、円筒部材16、基板ホルダ8を介して基板9に伝播される。

【0030】そして、第1実施例と同様に、n型の6H形SiC基板9上に、n型の6H形SiCエピタキシャル成長層とp型の6H形SiCエピタキシャル成長層を形成してなる青色発光LEDを作製した。但し、第1実施例では各6H形エピタキシャル成長層を形成した後、基板9をケイ素融液6内から引き上げる際に、該基板9を高速回転させたが、本実施例では前記超音波発生装置15を動作させて、基板9上に残留するケイ素融液を飛散可能な振動数、例えは35～50KHzの超音波振動を基板9に伝播した。尚、基板9がケイ素融液6内に浸漬されている間は、前記超音波発生装置は動作させなくともよい。

【0031】本実施例のLEDも、従来の方法で作製したLEDに比べて、青色以外の発光や高いV<sub>f</sub>をもつなどに起因する歩留まりの低下を抑制できた。

【0032】これは、6H形SiCエピタキシャル成長層を形成した後、基板9をケイ素融液6内から引き上げる際、該基板9を超音波にて振動させたので、基板9表面上Si融液を飛散でき、該表面上にSi融液が残すのを防止でき、この結果、不純物の発生を防止でき、良質なエピタキシャル成長層が得られたためである。

【0033】尚、本実施例では基板9を引き上げる際に高速回転しなかったが、高速回転してもよいのは勿論である。又、超音波発生装置が発生する超音波振動は基板に伝播されればよいので、例えは基板ホルダ8に直接固定してもよく、適宜変更可能である。

【0034】上述の第1、第2実施例では、基板ホルダに1つの基板しか固定しなかったが、複数の基板を固定した場合も、従来複数の基板を固定して作成する場合に比べて顕著な効果があった。

【0035】また、上述では6H形SiCエピタキシャル成長層の作成について述べたが、種々の結晶多形のSiC基板上に種々の結晶多形のSiCエピタキシャル成長層を形成する場合でも、該基板表面にケイ素融液が残存するのを防止できるので、同様に良好なSiCエピタキシャル成長層が形成できる。

【0036】また、SiCエピタキシャル成長層の形成の際の前記低速回転として0r.p.mを選んでもよい。

【0037】

【発明の効果】本発明によれば、ケイ素融液から基板を引き上げる際に、該基板を高速回転するので、該基板表面にケイ素融液が残存するのを防止できる。この結果、良好なSiCエピタキシャル成長層が形成でき、LEDを製造する場合に歩留まりの向上が図れる。

【0038】また、ケイ素融液から基板を引き上げる際に、該基板を超音波により振動させるので、該基板表面にケイ素融液が残存するのを防止できる。この結果、良好なエピタキシャル成長層が形成でき、LEDを製造する場合に歩留まりの向上が図れる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の第1実施例に係る液相エピタキシャル成長装置の断面図である。

【図2】本発明の第2実施例に係る液相エピタキシャル成長装置の断面図である。

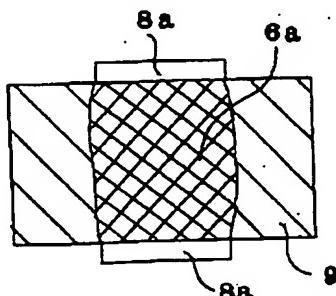
【図3】従来の液相エピタキシャル成長装置の断面図である。

【図4】前記従来装置で作成した基板表面を示す上面図である。

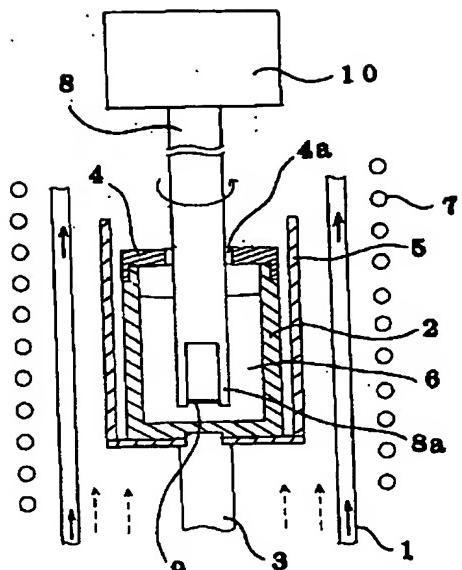
【符号の説明】

- |   |            |
|---|------------|
| 2 | ルツボ        |
| 6 | Si融液       |
| 7 | 高周波誘導加熱コイル |
| 8 | 基板ホルダ      |
| 9 | SiC基板      |

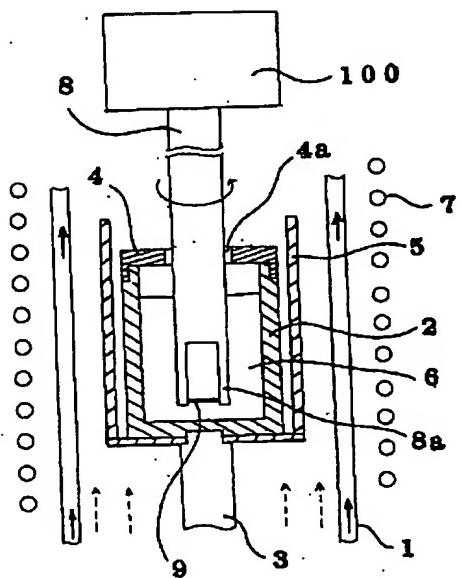
【図4】



【図1】



【図3】



【図2】

